



18 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenl ungungsschrift**
10 **DE 198 10 833 A 1**

51 Int. Cl.⁶:
B 01 D 1/00
B 01 D 3/00

21 Aktenzeichen: 198 10 833.8
22 Anmeldetag: 12. 3. 98
43 Offenlegungstag: 16. 9. 99

DE 198 10 833 A 1

71 Anmelder:
Herz, Helmut, Dr.-Ing., 85764 Oberschleißheim, DE;
Kaufmann, Klaus, Dr.-Ing., 85764 Oberschleißheim,
DE

74 Vertreter:
R.A. Kuhnen & P.A. Wacker
Patentanwalts-gesellschaft mbH, 85354 Freising

72 Erfinder:
gleich Anmelder

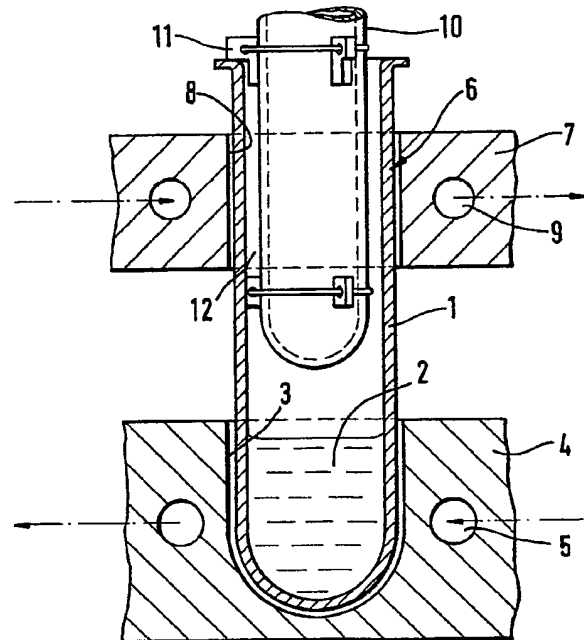
56 Entgegenhaltungen:
DE 43 16 163 C2
DE-PS 10 14 353
DE 90 05 806 U1
GB 2 99 084

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

64 Einrichtung zur thermischen Behandlung von Flüssigkeiten

57 Bei einer Einrichtung zur thermischen Behandlung von Flüssigkeiten, insbesondere im Laborbetrieb, wird ein geringer Verlust durch Abdampfen von Flüssigkeit bei einfachem und vergleichsweise billigem Aufbau dieser Einrichtung dadurch erreicht, daß in einen im unteren Bereich beheizten Behälter, beispielsweise ein Reagenzglas, von oben im Bereich eines zylindrischen oder prismatischen oder kegelförmigen Behälterabschnittes unter Ausbildung eines rundumlaufenden schmalen Spaltraumes ein Verdrängerkörper eingesetzt ist und der genannte Behälterabschnitt von einem mit einem entsprechenden Durchbruch versehenen Kühlblock umgeben ist. Der Verdrängerkörper zwingt den von dem Flüssigkeitsspiegel der zu behandelnden Flüssigkeit aufsteigenden Dampf in den schmalen Spaltraum, wo eine wirksame Abkühlung durch die Kühleinrichtung und eine Kondensation an der Innenwand des Behälters erfolgt und das Kondensat an der Behälterinnenwand zur Behälterfüllung zurückfließt.



DE 198 10 833 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur thermischen Behandlung von Flüssigkeiten mit mindestens je einem ersten Behälterraum, dem mittels einer Heizeinrichtung zum Erhitzen und mindestens teilweisen Verdampfen der Flüssigkeit Wärmeenergie zuführbar ist, sowie mit mindestens je einem zweiten Behälterraum, in den der Dampf zur mindestens teilweisen Kondensation einführbar und von dem Wärmeenergie mittels einer Kühleinrichtung abführbar ist, sowie mit einem bzw. je einem Kondensatrückflußkanal, der von dem zweiten zum ersten Behälterraum führt.

Erhitzt man, beispielsweise im Laborbetrieb, Flüssigkeiten, so geht bei dieser Wärmebehandlung ein Teil der Flüssigkeit durch Verdampfung verloren, wenn nicht dafür Sorge getragen wird, daß der Dampf aufgefangen, kondensiert und das Kondensat zu dem zu behandelnden Flüssigkeitsvolumen zurückgeführt wird. Allgemein bekannt sind Anordnungen, bei denen der bei der Flüssigkeitserhitzung entstehende Dampf über einen Kühler geleitet wird, das Kondensat in einem Sammler aufgefangen und von dem Sammler über eine Kondensatrückflußleitung wieder dem Raum zugeführt wird, in welchem die Flüssigkeit erhitzt wird.

Bei sehr geringen Flüssigkeitsmengen, welche jeweils der thermischen Behandlung unterzogen werden sollen, ist der apparative Aufwand für das Auffangen des Dampfes und für die Anbringung eines Kühlers sehr hoch. Die Einrichtungen sind vergleichsweise kompliziert und es kann vorkommen, daß ein wesentlicher Teil der zu behandelnden Flüssigkeit sich in den Einrichtungen zum Auffangen des Dampfes und zu dessen Kondensation befinden und der Rücklaufweg für das Kondensat sehr weit ist.

Durch die Erfindung soll die Aufgabe gelöst werden, eine Einrichtung der eingangs kurz definierten Art so auszugestalten, daß mit einem sehr geringen apparativen Aufwand auch kleine Flüssigkeitsmengen behandelt werden können, der Flüssigkeitsverlust durch Verdampfung sehr niedrig ist und die Kondensatrücklaufwege klein gehalten sind.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß mit den Merkmalen von Patentanspruch 1 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen sind Gegenstand der nachgeordneten Ansprüche, auf deren Inhalt hierdurch ausdrücklich hingewiesen wird, ohne an dieser Stelle den Wortlaut zu wiederholen.

Es sei hier darauf hingewiesen, daß die Teile der vorliegend angegebenen Einrichtung gemäß einer bevorzugten Ausführungsform in erster Linie handelsübliche Teile sein können, wobei der äußere Behälter zur Aufnahme der zu behandelnden Flüssigkeit etwa von einem größeren Reagenzglas gebildet ist, während der Verdrängerkörper, der koaxial auf eine bestimmte Tiefe in den äußeren Behälter eingeführt und durch Abstandshalter darin gehalten ist, von einem entsprechenden Reagenzglas kleineren Durchmessers gebildet sein kann. Einrichtungen der hier angegebenen Art lassen sich also mit geringstem Aufwand und kleinen Kosten verwirklichen. Gleichzeitig ist die angegebene Konstruktion einer Vielfalt von Abwandlungen zur Anpassung an bestimmte Anwendungsfälle zugänglich.

Nachfolgend werden einige Ausführungsformen anhand der Zeichnung näher erläutert. Es stellen dar:

Fig. 1 eine teilweise im Schnitt gezeichnete Seitenansicht einer bevorzugten Ausführungsform einer Einrichtung der hier angegebenen Art,

Fig. 2 eine ausschnittsweise vergrößerte Schnittdarstellung eines Teiles der Einrichtung von **Fig. 1** zur Erläuterung der Wirkungsweise,

Fig. 3 eine gegenüber **Fig. 1** abgewandelte Ausführungs-

form einer Einrichtung der hier angegebenen Art,

Fig. 4 eine teilweise im Schnitt gezeichnete Seitenansicht einer weiteren abgewandelten Ausführungsform,

Fig. 5 eine gegenüber den Ausführungsformen nach den **Fig. 1** und **3** nochmals abgewandelte Ausführungsform in Schnittdarstellung und Seitenansicht,

Fig. 6 eine Schnitt-Seitenansicht einer Einrichtung der hier angegebenen Art zur Erläuterung zweier weiterer Ausführungsformen, und

Fig. 7 eine teilweise im Schnitt gezeichnete Seitenansicht des oberen Teiles einer gegenüber der Ausführungsform nach **Fig. 1** abermals abgewandelten Ausführungsform.

Fig. 1 läßt im Axialschnitt einen äußeren Behälter in Gestalt eines Reagenzglases **1** verhältnismäßig großen Durchmessers erkennen, welches in einem ersten, unteren Behälterraum **2** eine Füllung einer zu behandelnden Flüssigkeit enthält. Das Reagenzglas **1** ist in eine mit angepaßten Ausnehmungen **3** versehene Heizplatte **4** gestellt, welche von Heizmittelkanälen **5** durchzogen ist, in welche, wie durch strichpunktuelle Pfeile angedeutet, ein Heizmittel eingeführt und von dort wieder abgeführt werden kann. Die Heizplatte **4** kann beispielsweise eine Aluminiumplatte sein. In Abwandlung hiervon ist es auch möglich, in die Heizplatte **4** elektrische Heizschlangen einzubetten.

Im Bereich eines zylindrischen Behälterabschnittes **6** umgibt das Reagenzglas **1** eine Kühleinrichtung **7** in Gestalt einer Aluminiumplatte, welche mit Durchbrüchen **8** für den Durchtritt des Behälterabschnittes **6** versehen ist und welche von Kühlmittelkanälen **9** durchzogen ist, in welche, wie ebenfalls durch strichpunktuelle Pfeile angedeutet, ein Kühlmittel eingeführt, und von dort wieder abgeführt werden kann, so daß der im Bereich der Kühleinrichtung **7** gelegene Behälterabschnitt **6** durch Strahlungsabsorption und durch intensive Konvektion im Spaltraum zwischen dem Behälterabschnitt und der Innenwand des Durchbruches **8** eine effektive Kühlung erfährt.

In das Reagenzglas **1** ist von oben ein Verdrängerkörper **10** in Gestalt eines weiteren, geringeren Durchmesser als das Reagenzglas **1** aufweisenden Reagenzglases so weit eingeführt, daß das untere Ende des Reagenzglases **10** bis unter den Bereich des Behälterabschnittes **6** hinabreicht, wobei das Reagenzglas **10** in dem Reagenzglas **1** durch Abstandshalter **11** koaxial gehalten ist, welche durch elastische Ringe am Umfang verteilt am Reagenzglas **10** festgehalten sind.

Die Durchmesser der Reagenzgläser **1** und **10** sind so gewählt, daß zwischen der Außenwand des Reagenzglases **10** und der Innenwand des Reagenzglases **1** ein schmaler zylindrischer Spaltraum entsteht, welcher hier als zweiter Behälterraum bezeichnet wird und in der Zeichnung die Bezugszahl **12** aufweist.

Wird, wie in **Fig. 2** angedeutet, die Flüssigkeitsfüllung im Reagenzglas **1** innerhalb des ersten Behälterraumes **2** durch Wärmezufuhr entsprechend den Pfeilen W_H erhitzt, so verdampft an der Oberfläche der Flüssigkeitsfüllung ein Teil der Flüssigkeit und wird durch den vom Reagenzglas **10** gebildeten Verdrängerkörper daran gehindert, frei in dem Reagenzglas **1** zu dessen Öffnung hin aufzusteigen und abzufließen, sondern wird von dem Reagenzglas **10** in Richtung auf die durch Wärmeentzug entsprechend den Pfeilen W_K gekühlte Innenwand des Reagenzglases **1** in dem den zweiten Behälterraum bildenden Spaltraum **12** gedrängt und zur intensiven Bestimmung der gekühlten Behälterwand veranlaßt, wo eine rasche Kondensation stattfindet. Die Kondensatropfen rinnen an der Innenwand des Reagenzglases **1** wieder nach abwärts und werden der Flüssigkeitsfüllung im ersten Behälterraum **2** zugeführt.

Es hat sich gezeigt, daß durch diese einfache Anordnung eine sehr vollständige Kondensation des von der zu behan-

delnden Flüssigkeit aufsteigenden Dampfes erreicht wird, so daß die Flüssigkeitsverluste durch Verdampfung äußerst gering sind.

Die Ausführungsform nach Fig. 3, in der für entsprechende Teile gleiche Bezugszahlen verwendet sind, wie in Fig. 2, unterscheidet sich von der zuvor betrachteten Ausführungsform zunächst dadurch, daß anstelle des inneren Reagenzglases 10 bei der Ausführungsform nach Fig. 3 ein geschlossener Behälter 13 als Verdrängerkörper dient, an dessen zylindrische Außenwand im Bereich des Behälterabschnittes 6 des Reagenzglases 1 Abstandshalterhöcker 14 angeformt sind, welche sich zur Einstellung der Weite des rundumlaufenden Spaltraumes 12 gegen die Innenwand des Behälters 1 abstützen. Durch den Innenraum 15 des Verdrängerkörpers 13 hindurch und gegenüber diesem Innenraum dicht abschließend ist ein Pipettenrohr 16 geführt, welches an eine Flüssigkeitsleitung 17 angeschlossen ist. Am unteren Ende des Verdrängerkörpers 13 ragt das Pipettenrohr 15 aus dem Verdrängerkörper hervor und kann durch Absenken des Verdrängerkörpers 13 an einer schematisch angegebenen Betätigungsvorrichtung 18 in den ersten Behälterraum 2 zum Einbringen oder zum Absaugen der darin befindlichen Flüssigkeitsfüllung abgesenkt werden. Weiter sind an den Innenraum des Verdrängerkörpers 15 Kühlmittelleitungen 19 und 20 angeschlossen, über welche ein Kühlmittel in den Innenraum 15 des Verdrängerkörpers 13 eingeführt und von dort wieder abgeführt werden kann, derart, daß der Spaltraum 12 in dem Behälterabschnitt 6 nicht nur mittels der diesen umgebenden Kühleinrichtung 7, sondern auch von innen her durch den Verdrängerkörper 13 gekühlt werden kann. Kondensat setzt sich daher sowohl an der Innenwand des Behälters 1 als auch an der Umfangswand des Verdrängerkörpers 13 ab und wird den Spaltraum 12 hinab zu der Flüssigkeitsfüllung des ersten Behälterraumes 2 zurückgeführt. Will man erreichen, daß sich das Kondensat nur an der Innenwand des Behälters 1 absetzt, so wird die Leistung der Kühlvorrichtung 7 entsprechend stärker eingestellt oder es wird der Ausführungsform nach Fig. 1 der Vorzug gegeben.

Fig. 3 zeigt noch zwischen der Heizeinrichtung 4 und der Kühleinrichtung 7 vorgesehene thermische Isolationsschichten 21 und 22 in Gestalt von mit Durchbrüchen für den Durchtritt des Behälters bzw. Reagenzglases 1 versehenen Isolierplatten. Solche Isolierplatten können auch bei der Ausführungsform nach Fig. 1 vorgesehen sein.

Bei praktischen Konstruktionen der hier angezeigten Einrichtung befinden sich die Heizeinrichtung 4 und die Kühleinrichtung 7 in einem festen Gestell, Rahmen oder Kasten mit Anschlüssen für die Heizmittelkanäle 5 und die Kühlmittelkanäle 9 für eine Mehrfachanordnung von Behältern oder Reagenzgläsern 1 und jeweils zugehörigen Verdrängerkörpern 10 bzw. 13.

Aus Fig. 4 ist erkennbar, daß der den zweiten Behälterraum bildende Spaltraum 12 in dem Behälterabschnitt des Behälters 1 nicht notwendigerweise zylindrisch ausgebildet sein muß, sondern auch kegelige Gestalt haben kann, wobei der Durchbruch 8 in der Heizeinrichtung 7, die Wand des Behälters 1 in dem den Spaltraum 12 begrenzenden Abschnitt und die Außenwand des Verdrängerkörpers, der hier mit 24 bezeichnet ist, entsprechend kegelig ausgebildet sind. Bei dem Verdrängerkörper 24 nach Fig. 4 handelt es sich wiederum um einen von Kühlmittel durchströmten Verdrängerkörper, wie durch die Kühlmittel zu- und ableitungen 19 und 20 angedeutet ist.

Es sei erwähnt, daß einer Ausführungsform etwa der in Fig. 1 gezeigten Art mit einer Kühlung des Behälterabschnittes 6 allein durch die Kühlvorrichtung 7 wegen der Einfachheit der notwendigen Teile und ihres Aufbaus, ins-

besondere bei einer Mehrfachanordnung von Behältern bzw. Reagenzgläsern 1 in einer Reihe oder einer Matrix in vielen Fällen der Vorzug zu geben ist.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 5 ist der untere Teil der Einrichtung mit Ausnehmungen 3 für Reagenzgläser 1 aufweisenden Heizplatte 4 genau so ausgebildet wie bei der Ausführungsform nach Fig. 1. Der Verdrängerkörper 10, der im Bereich des Behälterabschnittes 6 des Reagenzglases 1 zusammen mit dessen Innenwand den Spaltraum 12 begrenzt, ist jedoch hier nicht durch Abstandshalter oder dergleichen gegenüber dem Reagenzglas 1 abgestützt oder zentriert, sondern ist an einer Kühleinrichtung in Gestalt einer hier mit 25 bezeichneten Aluminiumplatte befestigt, welche von Kühlmittelkanälen 26 durchzogen ist und welche gegenüber der Heizplatte 4 und den in deren Ausnehmungen 3 eingesetzten Reagenzgläsern 1 in Vertikalrichtung zum Einsetzen der Verdrängerkörper 10 in die Reagenzgläser 1 abgesenkt oder zum Herausnehmen der Verdrängerkörper 10 aus dem Behälterabschnitt 6 der Reagenzgläser 1 angehoben werden kann.

Oberhalb der Heizeinrichtung 4 und unterhalb der Kühleinrichtung 25 sind ähnlich wie bei der Ausführungsform nach Fig. 3 Isolationsschichten 21 bzw. 22 angebracht.

Weiter ist am unteren Ende des Verdrängerkörpers 10, welcher hier als oben offener, reagenzglasartiger Hohlkörper vorgesehen ist, eine Öffnung 27 gebildet, auf der eine Kugel 28 aufliegt. Diese Kugel 28 kann in Zusammenwirkung mit der Öffnung 27 als Rückschlag-Entlüftungsventil dienen, wenn beispielsweise durch in Fig. 5 nicht eingezeichnete Einrichtungen am oberen Ende des bzw. jedes Reagenzglases 1 ein dichter Abschluß der ringförmigen Ausmündung des Spaltraumes 12 vorgesehen ist. Entsteht dann durch Wärmezufuhr mittels der Heizeinrichtung 4 in dem Innenraum des Reagenzglases 1 ein Überdruck, so kann sich dieser durch das von den Teilen 27 und 28 gebildete Rückschlagventil über den Innenraum des Verdrängerkörpers 10 entlasten.

Die Öffnung 27 kann auch dazu dienen, einer über den Innenraum des Verdrängerkörpers 10 eingeführten Injektionsnadel oder Pipette Zutritt zu dem Behälterraum 2 im Reagenzglas 1 zu gewähren, um dort eine Flüssigkeitsfüllung einzubringen oder von dort abzusaugen. In diesem Falle verdrängt die Injektionsnadelspitze oder Pipettenspitze die Kugel 28 von der Mündung der Öffnung 27, so daß die Nadel oder Pipette an der Kugel 28 vorbeigeführt werden kann. Dieser Zustand ist im übrigen in der nachfolgend betrachteten Fig. 6 für den Fachmann deutlich erkennbar gezeigt.

Die Ausführungsform nach Fig. 6 enthält wiederum in Ausnehmungen 3 einer Heizeinrichtung 4 eingesetzte Behälter, beispielsweise Reagenzgläser 1, welche im Bereich eines oberen Behälterabschnittes 6 von einer mit Durchbrüchen 8 versehenen, Kühlmittelkanäle 9 aufweisenden Aluminiumplatte, welche die Kühleinrichtung 7 bildet, umgeben sind. Insoweit besteht Übereinstimmung mit der Ausführungsform nach Fig. 1 sowohl bezüglich Aufbau als auch hinsichtlich der Wirkungsweise.

Bei der Einrichtung nach Fig. 6 ist aber jedem Behälter 1 ein hier mit 30 bezeichneter, reagenzglasartiger Verdrängerkörper zugeordnet, der am unteren Ende ähnlich wie bei der Ausführungsform nach Fig. 5 eine Öffnung 27 und eine auf deren oberen Mündung sitzende Kugel 28 aufweist und etwa im mittleren Bereich seiner Axialerstreckung an der Außenfläche mit einem einstückig angeformten Radialflansch 31 versehen ist. Dieser Radialflansch 31 besitzt im wesentlichen gleichen Außendurchmesser wie ein mit Außengewinde versehener oberer Abschlußrand 32 des Behälters 1. Mittels einer Schraubmuffe 33 ist der Radialflansch 31 unter Zwischenlage eines Dichtungsringes 34 abdichtend

gegen den oberen Rand 32 des Behälters 1 festgespannt. Man erkennt also, daß der Spaltraum 12 bei der Ausführungsform nach Fig. 6 an seinem oberen Ende abweichend von den bisher beschriebenen Ausführungsformen hermetisch abgeschlossen ist.

Von diesem oberen Bereich des Spaltraumes 12 aus führen durch die Wand des Verdrängerkörpers 30 hindurch in dessen Innenraum Entlüftungsöffnungen 35. Diese Entlüftungsöffnungen liegen etwas oberhalb einer umgekehrt trichterförmigen Einbauwand 36 des Verdrängerkörpers 30. Diese Einbauwand 36 hat die Aufgabe, daß dann, wenn an dem Spalraum 12 vorbeigeführt und dort nicht kondensierter Dampf über die Entlüftungsöffnungen 35 des Verdrängerkörpers 30 in dessen Innenraum hochsteigt und dort an der Verdrängerkörperinnenwand kondensiert, die Kondensattropfen von der umgekehrt trichterförmigen Einbauwand 36 wieder auf die Entlüftungsöffnungen 35 gelenkt werden und den Spalraum 12 hinab zu dem unteren Behälterraum 2 zurücklaufen.

Eine weitere, wichtige Aufgabe der Entlüftungsöffnungen 35 ist es, ein Festgehaltenwerden von Kondensat in dem Spalraum 12 durch Kapillarwirkung zu verhindern, wenn sich Kondensattropfen im Spalraum zu einer ringförmigen, an beiden Begrenzungswänden des Spaltraumes 12 anliegenden Flüssigkeitsfüllung vereinigen.

Es sei hier erwähnt, daß die umgekehrt trichterförmige Einbauwand 36 in ihrem Zentrum mit einer Öffnung versehen ist, welche groß genug ist, um die Kugel 28 durchtreten zu lassen und in den unteren Teil des Verdrängerkörpers 30 einführen zu können. Die zentrische Öffnung der Einbauwand 36 gestattet ebenso wie die Öffnung 27 am unteren Ende des Verdrängerkörpers 30 den Durchtritt einer Injektionsnadel oder Pipette für die bereits im Zusammenhang mit Fig. 5 erläuterten Zwecke.

Um über die Entlüftungsöffnungen 35 im Verdrängerkörper 30 hochsteigende Dämpfe sicher zu kondensieren, kann zusätzlich zu der Kühleinrichtung 7 oder anstelle von ihr, ähnlich der in Fig. 5 betrachteten Konstruktion, eine Kühleinrichtung bzw. eine weitere Kühleinrichtung oberhalb des Radialflansches 31 des Verdrängerkörpers 30 auf diesen einwirken. Diese Kühleinrichtung ist in Analogie zu den Verhältnissen von Fig. 5 auch in Fig. 6 mit 25 bezeichnet.

Für viele Behandlungen von Reagenzien ist es von wesentlicher Bedeutung, daß der Innenraum des Verdrängerkörpers 30 und insbesondere der Innenraum des Behälters 1 gegenüber der Umgebungsatmosphäre vollständig abgeschlossen gehalten wird. Wird eine zu behandelnde Flüssigkeit in den unteren Behälterraum 2 des Behälters eingeführt und werden der darüber liegende Raum des Behälters 1 sowie auch der Innenraum des Verdrängerkörpers evakuiert oder mittels eines Inertgases gespült, so entsteht bei einem Gleichgewicht der Energiezufuhr durch die Heizeinrichtung und der Energieabfuhr durch die Kühleinrichtung im wesentlichen keine Druckdifferenz zwischen den erwähnten Innenräumen und der Umgebung, so daß es zu einer Verunreinigung der erwähnten Behälterinnenräume durch die Umgebungsluft nicht kommen kann. Praktisch aber entstehen während der Behandlung Druckdifferenz und beim Befüllen und Entleeren kann ein Zutritt von Umgebungsluft zu der zu behandelnden oder behandelten Flüssigkeit nicht immer ausgeschlossen werden.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 6 ist im oberen Bereich des Verdrängerkörpers 30 eine Schleuse mit Schleusenwänden 38 und 39 schematisch angedeutet. Diese Schleusenwände enthalten im Bereich der Wand des Verdrängerkörpers 30 dicht angeschlossene, durchstechbare elastische Membranen und weiter ist die Außenwand des Verdrängerkörpers 30 im Abschnitt zwischen den Schleu-

senwänden 38 und 39 mit Durchbrüchen versehen oder ist ausgespart. Ein inertes Spülgas wird durch den zwischen den Schleusenwänden 38 und 39 gebildeten Raum geführt, wie durch die Pfeile N₂ angedeutet ist. Die gezeigte Anordnung verhindert einen Austritt von Dampf aus den Innenräumen der Einrichtung zur Umgebung hin und verhindert auch einen Zutritt von Umgebungsluft zu den Innenräumen der Einrichtung jeweils auch dann, wenn eine Füllung oder Entnahme mittels einer Injektionsnadel erfolgt.

Schließlich zeigt Fig. 7 eine Ausführungsform, bei der der obere Rand des Behälters 1 mit einem Außengewinde versehen ist, auf das eine mit einer zentrischen Öffnung versehene Schraubmuffe 40 unter Zwischenlage einer elastischen, durchstoßbaren Membran 41 aufgeschraubt ist, um den Innenraum des Behälters 1 hermetisch abzuschließen. Der hier mit 42 bezeichnete Verdrängerkörper besitzt eine untere Kondensatablauföffnung und seitliche Entlüftungsöffnungen in seinem oberen Bereich zum Verhindern eines Festgehaltenwerdens von Kondensat im Spalraum 12 durch Kapillarwirkung.

Ein Zentrierung und Abstützung des Verdrängerkörpers 42 ist bei der Ausführungsform nach Fig. 7 durch punktweise oder rundumlaufende Einwölbungen 43 und 44 der Außenwand des Behälters 1 vorgenommen. Das obere Ende des Verdrängerkörpers 42 weist einen Absatz größeren Durchmessers auf, der sich gegen die rundumlaufende oder punktweise Einwölbung 44 der Wand des Behälters 1 abstützt. Zur Erleichterung des Kondensatrücklaufes kann oberhalb des Absatzes des Verdrängerkörpers 42 dessen Rand axial nach oben verlängert sein und gegebenenfalls zinnenartig ausgebildet sein.

Patentansprüche

1. Einrichtung zur thermischen Behandlung von Flüssigkeiten mit mindestens einem ersten Behälterraum (2), dem mittels einer Heizeinrichtung (4) zum Erhitzen und teilweisen Verdampfen der Flüssigkeit Wärmeenergie zuführbar ist, mit mindestens je einem zweiten Behälterraum (12), in den der Dampf zur mindestens teilweisen Kondensation einführbar und von dem Wärmeenergie mittels einer Kühleinrichtung (7) abführbar ist, sowie mit einem bzw. je einem Kondensatrückflußkanal, der vom zweiten zum ersten Behälterraum führt, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Behälterraum (2) in einem Behälter (1) mit einem sich im wesentlichen vertikal nach aufwärts erstreckenden, zylindrischen oder prismatischen oder kegelförmigen Behälterabschnitt (6) gebildet ist, in den ein entsprechender zylindrischer oder prismatischer oder kegelförmiger massiver oder hohler Verdrängerkörper (10 bzw. 13 bzw. 24 bzw. 30 bzw. 42) derart eingesetzt ist, daß sich zwischen der Behälterabschnittinnenwand und der Verdrängerkörperaußenwand ein den zweiten Behälterraum bildender Spalraum (12) ausbildet, daß die Heizeinrichtung (4) unterhalb des Behälterabschnittes (6) auf den Behälter (1) einwirkt und daß im Bereich des Behälterabschnittes (6) oder in thermischer Nähe oberhalb desselben die Kühleinrichtung (7; 13, 10, 20) auf den Spalraum (12) einwirkt.

2. Einrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühleinrichtung (7) im Bereich des Spaltraumes (12) als mit jeweils einer Öffnung (8) für den Durchtritt des zylindrischen oder prismatischen oder kegelförmigen Behälterabschnittes versehener Kühlblock auf die Behälterwand einwirkt.

3. Einrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühleinrichtung einen durch den

Verdrängerkörper (13 bzw. 24) oder durch einen damit thermisch gekoppelten Kühlkörper (25) geleiteten Kühlmittelkreislauf (19, 20; 26) enthält.

4. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß durch den in den Behälter (1) absenkbaren Verdrängerkörper (10, 13, 30, 42) eine Pipette (16) oder Injektionsnadel zum Einleiten oder Entnehmen zu behandelnder Flüssigkeit in den bzw. aus dem Behälter (1) geführt ist, oder hindurchführbar ist.

5. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß an der Verdrängerkörperaußenwand Abstandshalter (11 bzw. 14) oder Absätze zur Führung und Abstützung des Verdrängerkörpers (10 bzw. 13) in dem Behälterabschnitt (6) gegenüber der Innenwand des Behälters (1) befestigt oder angeformt sind, oder daß an der Innenwand des Behälters (1) Einbuchtungen oder Absätze (43, 44) zur Führung und Abstützung des Verdrängerkörpers (42) eingeformt sind.

6. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Heizeinrichtung (4) und der Kühleinrichtung (7) mindestens eine jeweils mit einer Öffnung für den Durchtritt des Behälterabschnittes (6) versehene thermische Isolationschicht (21, 22) vorgesehen ist.

7. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizeinrichtung als mit jeweils einer Ausnehmung (3) zur Aufnahme des unteren Behälterteiles vorgesehen Heizplatte (4) ausgebildet ist.

8. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der hohle Verdrängerkörper in seinem oberen Bereich den genannten Spaltraum (12) mit dem Verdrängerkörper-Innenraum verbindende Entlüftungsöffnungen (35) aufweist.

9. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der hohle Verdrängerkörper (30) an das obere Ende des Behälters (1) dicht angeschlossen ist, an seinem unteren Ende eine den Verdrängerkörper-Innenraum mit dem genannten ersten Behälterraum (2) verbindende Öffnung (27) aufweist und an seinem oberen Ende über eine Inertgasschleuse (38, 39) zugänglich ist (Fig. 6).

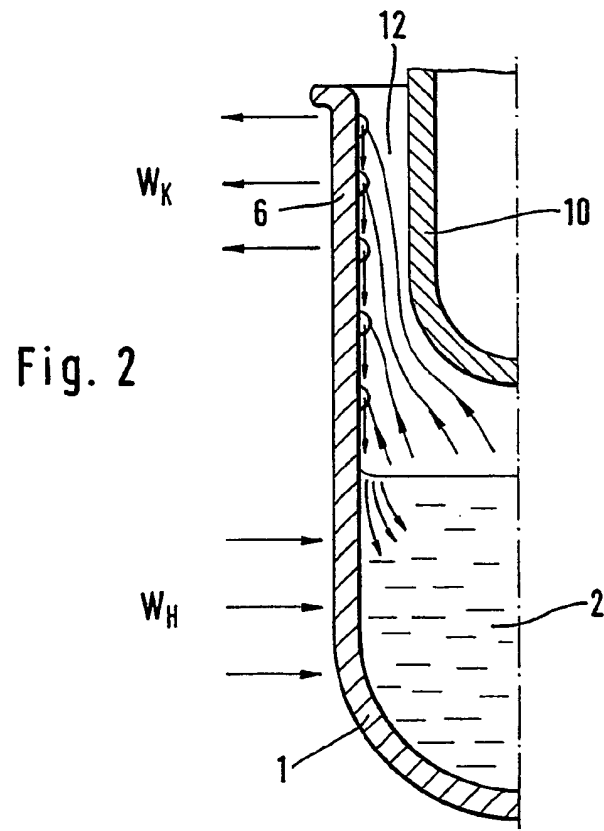
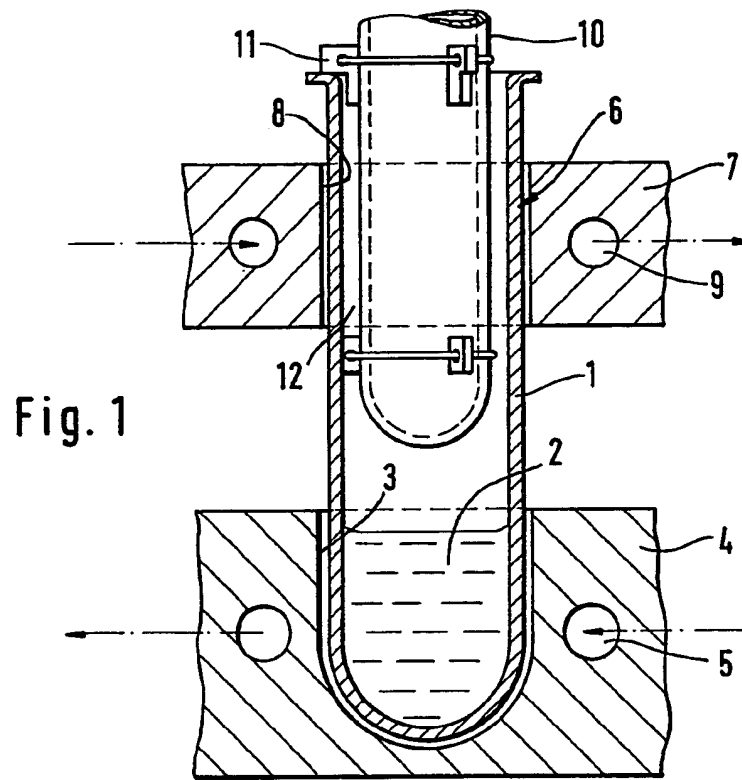
10. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, gekennzeichnet durch eine Reihenanordnung oder Matrixanordnung aus gleichen Behältern (1) mit vertikal aufragenden Behälterabschnitten (6), aus einer Kühleinrichtung (7) mit Öffnungen für die Behälterabschnitte, aus diesen Behälterabschnitten zugeordneten Verdrängerkörpern (10 bzw. 13 bzw. 24 bzw. 30, bzw. 42) und aus einer für die unteren Behälterbereiche vorgesehenen Heizeinrichtung (4).

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65



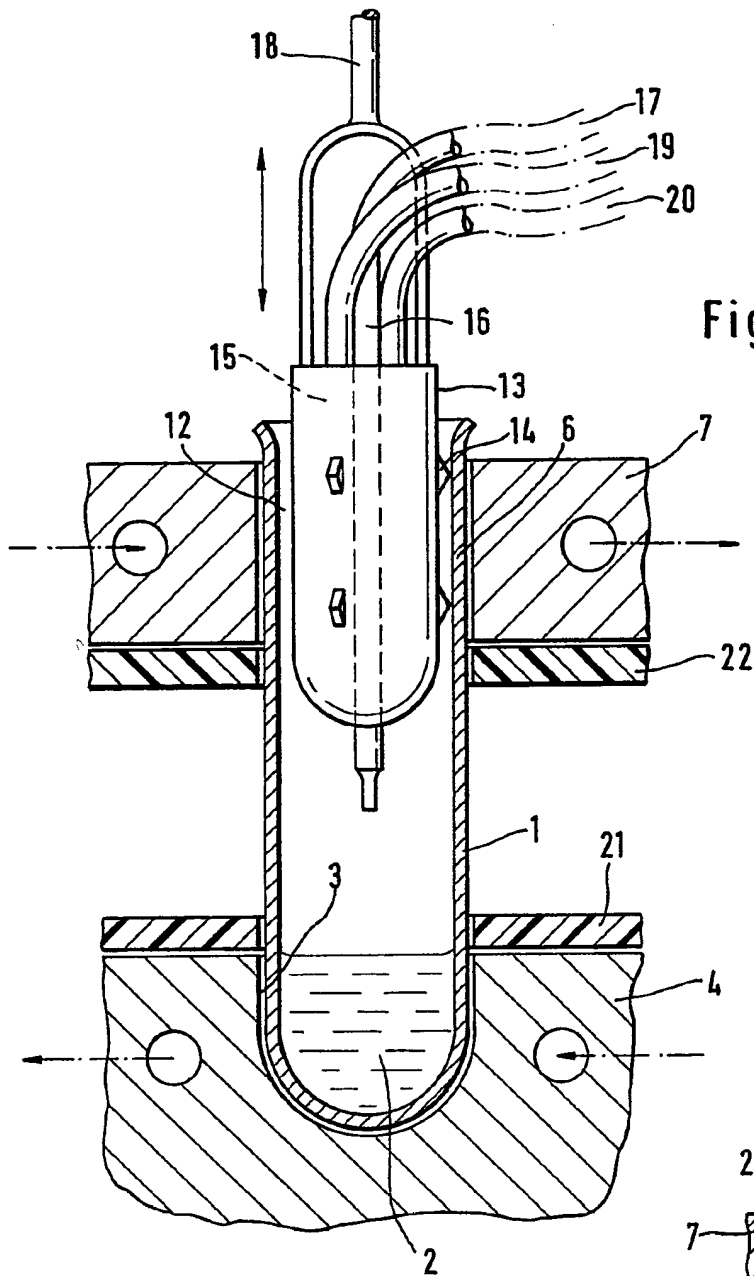


Fig. 3

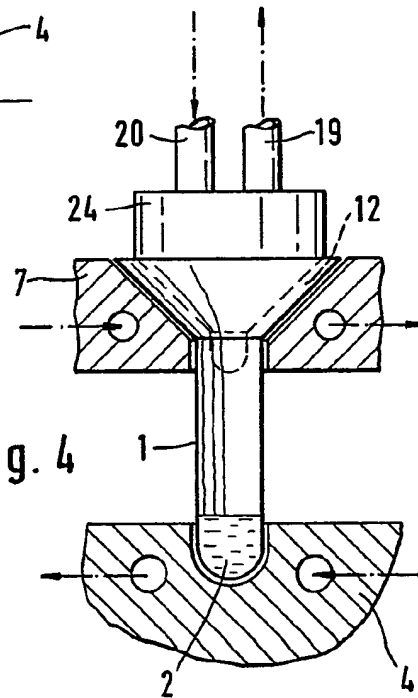


Fig. 4

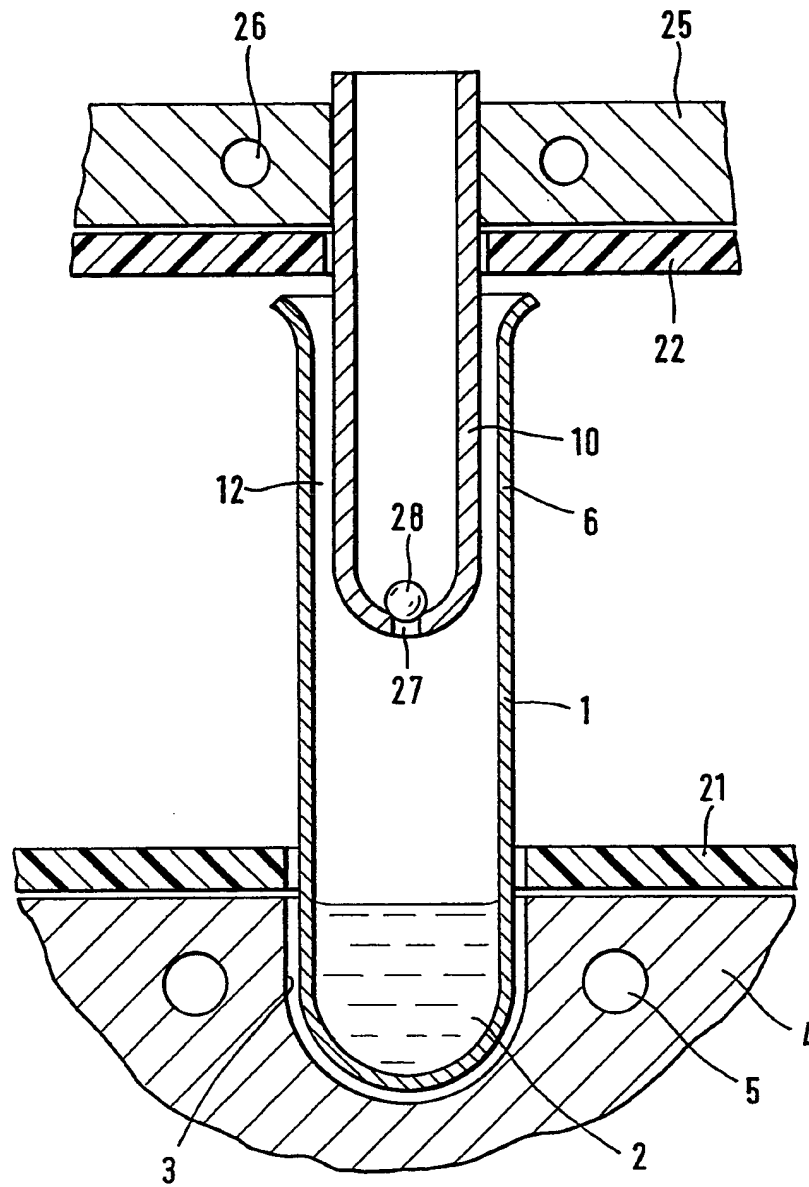


Fig. 5

Fig. 6

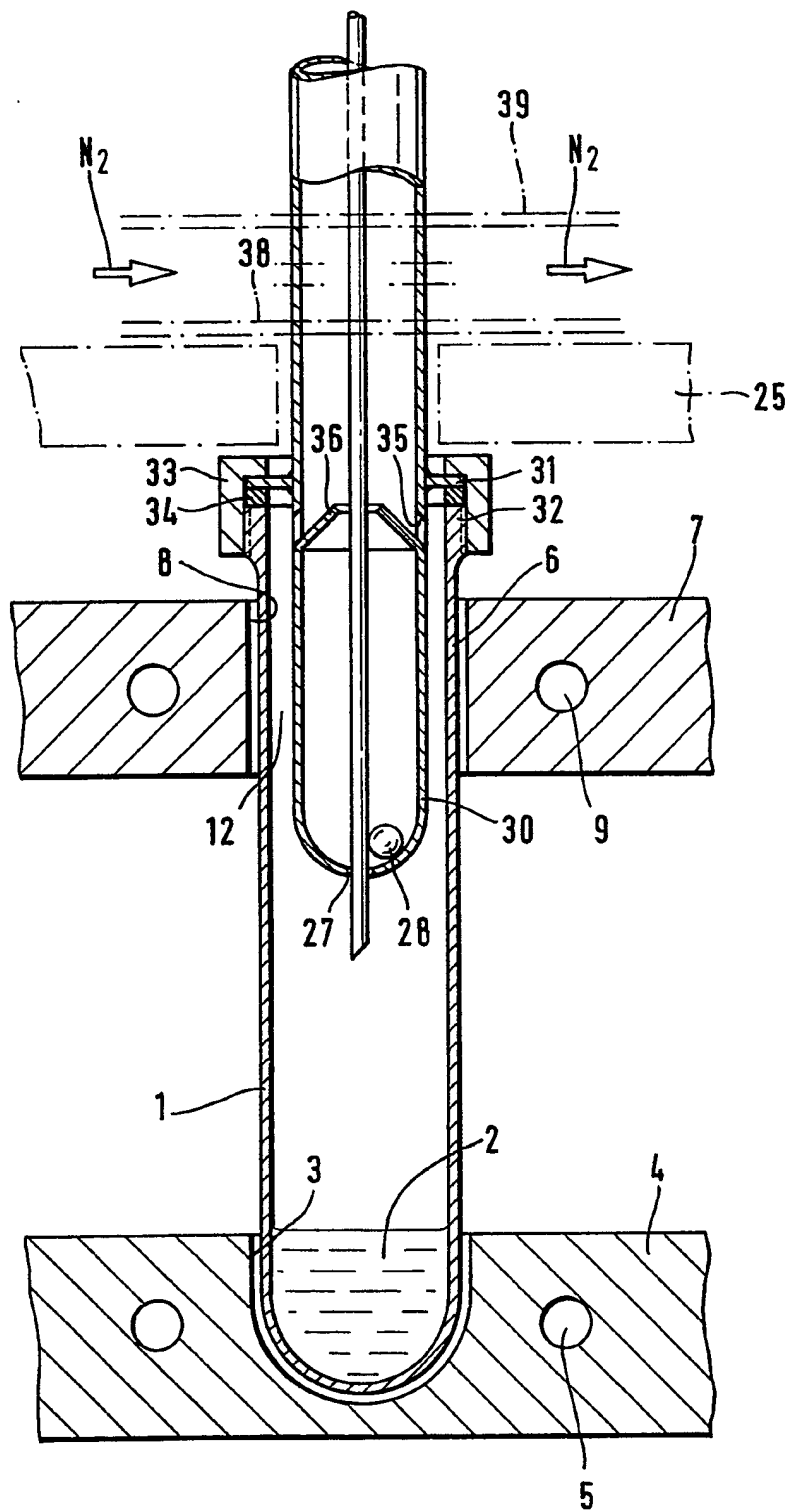


Fig. 7

